

*EPW*

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of : **Confirmation No. 9235**  
Yoko MITARAI et al. : Attorney Docket No. 2003\_1781  
Serial No. 10/728,845 : Group Art Unit 1742  
Filed December 8, 2003 : Examiner Kathleen A. McNelis  
**HIGH-MELTING SUPERALLOY AND METHOD OF PRODUCING THE SAME** : **Mail Stop Amendment**

**CLAIM OF PRIORITY UNDER 35 USC 119**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

THE COMMISSIONER IS AUTHORIZED  
TO CHARGE ANY DEFICIENCY IN THE  
FEE FOR THIS PAPER TO DEPOSIT  
ACCOUNT NO. 23-0975.

Sir:

Applicants in the above-entitled application hereby claim the date of priority under the International Convention of Japanese Patent Application No. 025540/1999, filed February 2, 1999, as acknowledged in the Declaration of this application.

A certified copy of said Japanese Patent Application is submitted herewith.

Respectfully submitted,

Yoko MITARAI et al.

By: *Michael R. Davis*  
Michael R. Davis  
Registration No. 25,134  
Attorney for Applicants

MRD/pth  
Washington, D.C. 20006-1021  
Telephone (202) 721-8200  
Facsimile (202) 721-8250  
December 15, 2006

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて  
る事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed  
in this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1999年 2月 2日

願 番 号

Application Number:

平成11年特許願第025540号

願 人

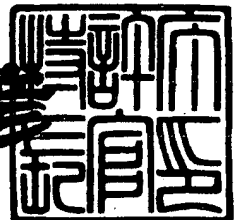
Applicant(s):

科学技術庁金属材料技術研究所長

2000年 3月31日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

出証番号 出証特2000-3021800

【書類名】 特許願

【整理番号】 10-KN-71

【特記事項】 特許法第 3 0 条第 1 項の規定の適用を受けようとする特  
許出願

【提出日】 平成11年 2月 2日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C22C 5/04

【発明の名称】 高融点超合金とその製造方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
科学技術庁金属材料技術研究所内

【氏名】 御手洗 容子

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
科学技術庁金属材料技術研究所内

【氏名】 谷 月峰

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
科学技術庁金属材料技術研究所内

【氏名】 于 熙泓

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
科学技術庁金属材料技術研究所内

【氏名】 呂 芳一

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
科学技術庁金属材料技術研究所内

【氏名】 中沢 静夫

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現 1 丁目 2 番 1 号  
科学技術庁金属材料技術研究所内

【氏名】 原田 広史

【特許出願人】

【識別番号】 390002901

【氏名又は名称】 科学技術庁金属材料技術研究所長 岡田 雅年

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高融点超合金とその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 イリジウム又はロジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される 1 種以上の金属とともに、ニッケルを少なくとも含み、組織中に f c c 相及び  $L 1_2$  相の両相が少なくとも形成されていることを特徴としている高融点超合金。

【請求項 2】 f c c 構造を持つ母相中に  $L 1_2$  構造を持つ析出物が整合析出している請求項 1 記載の高融点超合金。

【請求項 3】  $L 1_2$  相の体積%が 2 0 ~ 8 0 % である請求項 1 又は 2 記載の高融点超合金。

【請求項 4】 イリジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される 1 種以上の金属を 2 ~ 2 2 原子%添加したイリジウム基超合金、又はロジウムをベースに前記金属群から選択される 1 種以上の金属を 2 ~ 2 2 原子%添加したロジウム基超合金のいずれか一方、又はいずれか一方の超合金を実現する金属若しくは合金の組合せに、ニッケルを添加配合し、溶製して、請求項 1 乃至 3 いずれかに記載の高融点超合金を製造することを特徴とする高融点超合金の製造方法。

【請求項 5】 イリジウム基超合金又はロジウム基超合金に換算してその各々が少なくとも 5 モル%存在し、かつニッケルを少なくとも 5 原子%添加配合する請求項 4 記載の高融点超合金の製造方法。

【請求項 6】 イリジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される 1 種以上の金属を 2 ~ 2 2 原子%添加したイリジウム基超合金、又はロジウムをベースに前記金属群から選択される 1 種以上の金属を 2 ~ 2 2 原子%添加したロジウム基超合金のいずれか一方、又はいずれか一方の超合金を実現する金属若しくは合金の組合せと、ニッケルをベースとするニッケル基合金又はこれを実現する金属若しくは合金の組合せとを混合し、溶製して、請求項 1 乃至 3 いずれかに記載の高融

点超合金を製造することを特徴とする高融点超合金の製造方法。

【請求項 7】 イリジウム基超合金、ロジウム基超合金、又はニッケル基合金に換算してその各々が少なくとも 5 モル % 存在するように混合する請求項 6 記載の高融点超合金の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この出願の発明は、高融点超合金とその製造方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、発電用ガスタービン、ジェットエンジン、ロケットエンジンなどの高温機器の出力及び熱効率をさらに向上させることのできる高融点超合金とこれを製造するための製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその課題】

発電用ガスタービン、ジェットエンジン、ロケットエンジンなどの高温機器に用いられるタービンプレードやタービンペーンは高温・高応力下で使用される。従来、これらタービンプレードやタービンペーンには、高い耐熱性を有し、高温強度にも優れた Ni 基超合金が適用されているが、その使用温度は年々過酷になってきている。それと言うのも、燃焼ガス温度を高めることが、高温機器の出力及び熱効率をさらに高めるのに最も効果的な対応だからである。したがって、タービンプレードやタービンペーンには、高温強度を改善することが望まれ、これはとりもなおさず、タービンプレードやタービンペーンに適用される材料の高温強度の改善が必要不可欠であることを意味する。Ni 基超合金の実質的な強度を有する耐用温度はおよそ 1100℃ である。この温度以上においても使用可能で、しかもそれを比較的安価に実現することのできる新しい材料が開発されれば、実用上きわめて有望である。

【0003】

この出願の発明は、以上の通りの事情に鑑みてなされたものであり、高温機器の出力及び熱効率をさらに向上させることのできる、従来の Ni 基超合金を上回る特性を有し、これを比較的安価に実現することも可能な、新しい高融点超合金

を提供することを目的としている。

【0004】

【課題を解決するための手段】

この出願の発明の発明者らは、上記の課題を解決すべく鋭意検討を加えたところ、融点が高く、高温で高強度を持ち、また、耐酸化性に優れたイリジウム基超合金（融点2447℃）又はロジウム基超合金（融点1960℃）と、これらに比べ軽量で延性に優れ、安価でもあるニッケル、又はニッケル基合金（密度8.9g/cm<sup>3</sup>（cf．イリジウム基超合金：22.4g/cm<sup>3</sup>、ロジウム基超合金：12.44g/cm<sup>3</sup>））を添加配合、又は混合し、溶製することにより、組織中にfcc相及びL1<sub>2</sub>相の両相が少なくとも形成し、場合によっては、fcc構造を持つ母相中にL1<sub>2</sub>構造を持つ析出物が整合析出した超合金が得られ、これらの超合金は、高温強度及び耐酸化性に優れるばかりでなく、比較的軽量で、延性をも有することを見出し、この出願の発明を完成したのである。

【0005】

すなわち、この出願の発明は、イリジウム又はロジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される1種以上の金属とともに、ニッケルを少なくとも含み、組織中にfcc相及びL1<sub>2</sub>相の両相が少なくとも形成されていることを特徴としている高融点超合金（請求項1）を提供する。

【0006】

この出願の発明は、上記合金の好ましい態様として、fcc構造を持つ母相中にL1<sub>2</sub>構造を持つ析出物が整合析出していること（請求項2）、並びにL1<sub>2</sub>相の体積％が20～80％であること（請求項3）を提供する。

またこの出願の発明は、イリジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される1種以上の金属を2～22原子％添加したイリジウム基超合金、又はロジウムをベースに前記金属群から選択される1種以上の金属を2～22原子％添加したロジウム基超合金のいずれか一方、又はいずれか一方の超合金を実現する金属若しくは合金の組合せに、ニッケルを添加配合し、溶製して、請求項1乃至3いずれかに

記載の高融点超合金を製造することを特徴とする高融点超合金の製造方法（請求項 4）を提供する。

## 【0 0 0 7】

この請求項 4 に係る発明の好ましい態様として、この出願の発明は、イリジウム基超合金又はロジウム基超合金に換算してその各々が少なくとも 5 モル%存在し、かつニッケルを少なくとも 5 原子%添加配合すること（請求項 5）を提供する。

さらにこの出願の発明は、イリジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される 1 種以上の金属を 2 ～ 2 2 原子%添加したイリジウム基超合金、又はロジウムをベースに前記金属群から選択される 1 種以上の金属を 2 ～ 2 2 原子%添加したロジウム基超合金のいずれか一方、又はいずれか一方の超合金を実現する金属若しくは合金の組合せと、ニッケルをベースとするニッケル基合金又はこれを実現する金属若しくは合金の組合せとを混合し、溶製して、請求項 1 乃至 3 いずれかに記載の高融点超合金を製造することを特徴とする高融点超合金の製造方法（請求項 6）を提供する。

## 【0 0 0 8】

さらにまたこの出願の発明は、請求項 6 に係る発明の好ましい態様として、イリジウム基超合金、ロジウム基超合金、又はニッケル基合金に換算してその各々が少なくとも 5 モル%存在するように混合すること（請求項 7）をも提供する。

以下、この出願の発明の高融点超合金とその製造方法についてさらに詳しく説明する。

## 【0 0 0 9】

## 【発明の実施の形態】

この出願の発明の高融点超合金は、イリジウム又はロジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される 1 種以上の金属とともに、ニッケルを少なくとも含む、3 元系以上の多元合金であり、fcc 相及び  $L1_2$  相の両相が少なくとも形成された組織を有する超合金である。



## 【0 0 1 0】

この出願の発明の高融点超合金は、たとえば、イリジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される1種以上の金属を2～22原子%添加したイリジウム基超合金、又はロジウムをベースに前記金属群から選択される1種以上の金属を2～22原子%添加したロジウム基超合金のいずれか一方、又はいずれか一方の超合金を実現する金属若しくは合金の組合せに、ニッケルを添加配合し、溶製することにより製造される。

## 【0 0 1 1】

またこの出願の発明の高融点超合金は、イリジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される1種以上の金属を2～22原子%添加したイリジウム基超合金、又はロジウムをベースに前記金属群から選択される1種以上の金属を2～22原子%添加したロジウム基超合金のいずれか一方、又はいずれか一方の超合金を実現する金属若しくは合金の組合せと、ニッケルをベースとするニッケル基合金又はこれを実現する金属若しくは合金の組合せとを混合し、溶製することによっても製造可能である。

## 【0 0 1 2】

後者の製造方法において言及するニッケル基合金とは、ニッケル－アルミニウム(Ni-Al)合金のような2元合金から現在耐熱材料として高温機器に適用されているより多元系のニッケル基超合金までを包含する。

上記製造方法において溶製は、その方式に特に制限はない。たとえば、アーク溶解、及びその後に行われる組成を均一化する均一化処理を一例として例示することができる。

## 【0 0 1 3】

これらの製造方法により製造されるこの出願の発明の高融点超合金は、上記の通りに、組織中にfcc相及びL1<sub>2</sub>相の両相を少なくとも有する。これら両相の形成により十分な強度が確保される。添加又は混合成分元素であるニッケルは、この組織において、イリジウム又はロジウムを一部置換していることが相組成

分析から確認される。

【0014】

また、これまでのところでは、超合金における各金属成分の組成比が大きな因子と考えられるが、f c c 構造を持つ母相中に  $L1_2$  構造を持つ析出物が整合析出した二相整合組織が形成される場合もある。ここで、二相整合組織とは、隣接する結晶格子の並びが途切れずに連続している組織を言う。二相整合組織が形成されると、単に f c c 相及び  $L1_2$  相の二相からなる超合金よりも強度が増大する。母相と析出物の間の整合界面が転位の移動を妨げるのがその原因ではないかと考えられる。このような二相整合組織は、後者の製造方法において原料に、イリジウム基超合金又はロジウム基超合金、及びニッケル基合金を母合金として用い、しかもそれぞれが上記二相整合組織を持つ場合により確実に形成される。

【0015】

f c c 相及び  $L1_2$  相は、必ずしも各々が1種類ずつである必要はない。この出願の発明の高融点超合金は、上記の通りの多元合金であるため、濃度の異なる数種類の f c c 相と  $L1_2$  相が混在することも可能である。

これら f c c 相及び  $L1_2$  相の両相が形成した組織において、 $L1_2$  相は、体積率で 20～80% とするのが好ましい。下限を下回る場合には強度の低下が見られる。一方、上限はこれを上回っても構わないが、そのような超合金を作製するのはかなり難しくなる。

【0016】

そして、この出願の発明の高融点超合金は、母合金として用いる場合のイリジウム基超合金又はロジウム基超合金と、ニッケル又はニッケル基合金の特性をそれぞれ独立して発現する。つまり、この出願の発明の高融点超合金は、イリジウム基超合金及びロジウム基超合金が持つ高融点、高温高強度、及び優れた耐酸化性ととともに、ニッケル又はニッケル基合金が持つ軽量かつ優れた延性を全て示すのである。また、ニッケル又はニッケル基合金の存在によってこの出願の発明の高融点超合金は、比較的安価ともなる。

【0017】

ただ、これらの金属、合金、そして超合金の各特性が明らかに認められるよう

になるには、イリジウム基超合金又はロジウム基超合金に換算してその各々が少なくとも5モル%存在し、かつニッケル単体、又はニッケル基合金に換算してその含有量を少なくとも5モル%とするのが好ましい。この下限値未満の場合には、特性が必ずしも十分に発現されとは限らない。

## 【0018】

イリジウム基超合金又はロジウム基超合金それ自体の、又はこれらに換算して含有量が5～50モル%を含むこの出願の発明の高融点超合金は、軽量であり、タービンプレード等の回転部材として有効と考えられ、一方、含有量がそれよりも多い50～95%の場合には、より高温で使用される部材への適用が有望視される。

## 【0019】

次にこの出願の発明の高融点超合金とその製造方法の実施例を示す。

## 【0020】

## 【実施例】

## (実施例1)

イリジウム-15ニオブ (Ir-15Nb) 合金及びニッケル (Ni) を配合し、真空炉中でアルゴン雰囲気下にアーク溶解して、表1に示した組成を有するA、B、C、及びDの4種類の超合金 (インゴット) を製造した。

## 【0021】

【表1】

超合金	超合金組成 (at%)		
	Ni	Nb	Ir
A	10	15	残
B	20	15	残
C	30	15	残
D	50	15	残

## 【0022】

このインゴットから高さ6mm、直径3mmの供試片を切り出し、これを、 $5 \times 10^{-7}$  torrの真空炉内で1300℃、1週間の時効処理を行った。そして、供試片に形成した相をX線回折分析(XRD)及びエネルギー分散型X線分析器(EDAX)で決定した。

その結果、表1の超合金A及びBは、fcc相及び $L1_2$ 相の二相のみからなる組織を有していた。特に、超合金Aには、fcc構造を持つ母相中に $L1_2$ 構造を持つ析出物が整合析出した二相整合組織が形成されていた。fcc相はIrからなり、 $L1_2$ 相は $Ir_3Nb$ からなっていた。また、これらいずれにもNiが固溶していた。一方、超合金C及びDは、上記二相の他に、斜方晶系に属する $\delta$ 相( $(Ir, Ni)_{11}Nb_9$ )が第三の相として確認された。なお、いずれの超合金においても $L1_2$ 構造を持つ $Ir_3Nb$ は、体積率で20~80%の範囲内に収まっていた。

## 【0023】

図1a~dは、各々、供試片の光学顕微鏡写真である。

超合金Aでは樹枝状組織(図1a)が、超合金B、C、及びDでは微細組織(図1b、c、及びd)が形成している。また、Niの配合量が増加するにしたがって組織が厚く、粗くなっていることも確認される。

そして、上記供試材について、圧縮試験(大気中、応力速度  $3.0 \times 10^{-4} s^{-1}$ )を室温から1200℃までにおいて行った。その結果を示したのが図2のグラフである。

## 【0024】

この図2のグラフから明らかなように、超合金Aの圧縮強度は、室温ではIn-15Nbのほぼ2倍であり、1200℃ではIn-15Nbと同等である。超合金B、C、及びDの圧縮強度は、室温及び1200℃ともにIn-15Nbの圧縮強度を下回る。だが、いずれの超合金の圧縮強度も、高温機器に適用されていたNi基超合金よりは高い。

## 【0025】

また、いずれの超合金においてもNiの添加により延性が改善されている。特

に、超合金 B は、およそ 13% であり、Ir-15Nb の延性をはるかに凌いでいる。Ir-15Nb 合金よりも実用性が高いと認められる。しかも Ni は、Ir を一部置換するため、超合金中の Ir 量を低減することができ、低価格化が図られる。この点においても実用性の高さが確認される。

(実施例 2)

イリジウム基超合金としてイリジウム-20ニオブ (Ir-20Nb) 合金及びイリジウム-20タンタル (Ir-20Ta) 合金を、また、ニッケル基合金としてニッケル-16.8アルミニウム (Ni-16.8Al) 合金を選択した。これらイリジウム基超合金及びニッケル基合金をモル分率を、Ir 基超合金 : Ni 基超合金 = 25 : 75 (A 群)、50 : 50 (B 群)、75 : 25 (C 群) とし、合計 6 種類の以下の表 2 に示す組成の 4 元合金をアルゴン雰囲気中でアーク溶解により作製した。

【0026】

【表 2】

	超合金組成 (at%)	
A 群	Ir-5Nb-62.4Ni-12.6Al	Ir-3.75Ta-62.4Ni-12.6Al
B 群	Ir-10Nb-41.6Ni-8.4Al	Ir-7.5Ta-41.6Ni-8.4Al
C 群	Ir-15Nb-20.8Ni-4.2Al	Ir-11.25Ta-20.8Ni-4.2Al

【0027】

これら 6 種類の 4 元合金について、実施例 1 と同様の相決定及び組織観察を行った。

その結果、A 群及び C 群の 4 種類の超合金には、fcc 相 ((Ir, Ni)) と 2 種類の  $L1_2$  相 ((Ni, Ir)<sub>3</sub> (Al, Nb) 及び (Ir, Ni)<sub>3</sub> (Nb, Al)、又は (Ni, Ir)<sub>3</sub> (Al, Ta) 及び (Ir, Ni)<sub>3</sub> (Ta, Al)) からなる二相整合組織が形成していた。一方、B 群の 2 種類の超合金では、A 群及び C 群の超合金と同じ fcc 相と 2 種類の  $L1_2$  相による二相整

合組織が形成されていたが、B 2 相 ( $(\text{Ir}, \text{Ni}) (\text{Al}, \text{Nb})$ ) 又は ( $\text{Ir}, \text{Ni}) (\text{Al}, \text{Ta})$ ) が他に認められた。

#### 【0028】

なお、上記組成式において、たとえば、 $(\text{Ni}, \text{Ir})_3 (\text{Al}, \text{Nb})$  は、 $\text{Ir}$  及び  $\text{Nb}$  を含有する  $\text{Ni}_3 \text{Al}$  で、 $\text{Ir}$  が  $\text{Ni}$  を、また、 $\text{Nb}$  が  $\text{Al}$  をそれぞれ一部置換していることを意味している。他の組成式も同様の標記方式を採用している。

図 3 a ~ c は、各々、A 群、B 群、及び C 群に属する  $\text{In-Nb-Ni-Al}$  4 元合金の組織を示した二次電子像である。

#### 【0029】

超合金 A では、fcc 相、及び  $\text{Ir}$  及び  $\text{Nb}$  を含む  $\text{Ni}_3 \text{Al}$  の第 1 の  $\text{L}1_2$  相が観察された。超合金 B 及び C では、より大きな  $\text{L}1_2$  相が析出している。B 2 相は、上記の通りに、超合金 B のみに観察された。これら 3 つの超合金 A ~ C では、 $\text{Ir}$  及び  $\text{Nb}$  を含む  $\text{Ni}_3 \text{Al}$  の第 1 の  $\text{L}1_2$  相とともに、 $\text{Ni}$  及び  $\text{Al}$  を含む  $\text{Ir}_3 \text{Nb}$  の小さな第 2 の  $\text{L}1_2$  相が、fcc 母相の中に確認された。

#### 【0030】

次いで、作製した合金を真空中 1300℃ 及び 1400℃ で 1 週間時効処理を行い、再び、組織観察した。

1300℃ の時効処理を行った超合金には、2 種類の小さな第 2 の  $\text{L}1_2$  相が fcc 母相から析出した。超合金 B 及び C の相解析の結果、この第 2 の  $\text{L}1_2$  相は、第 1 の  $\text{L}1_2$  相よりも  $\text{Ni}$  を多く含んでいることが確認された。超合金 A では、第 1 の  $\text{L}1_2$  相には 23 at% の  $\text{Ir}$  が含まれていた。母相中の  $\text{Ir}$  量は、超合金の  $\text{Ir}$  量に伴って増加する。一方、母相中の  $\text{Nb}$  量は、ほぼ 5 at% のレベルにある。1400℃ の時効処理後には、より大きな第 1 の  $\text{L}1_2$  相に加え、fcc 相中に異なる形状及びサイズの第 2 の  $\text{L}1_2$  相が多量に形成した。また、超合金 B では、B 2 相が消失した。このことから、超合金 B における B 2 相の融点が 1400℃ であると考えられる。そして、いずれの超合金においても  $\text{L}1_2$  相は、体積率で 20 ~ 80 % の範囲内に収まっていた。

#### 【0031】

以上の組織観察結果は、In-Ta-Ni-Al 4元合金についても同様であった。

次いで、上記6種類の4元合金を1400℃に1週間加熱し、1200℃における圧縮強度を測定した。その結果を示したのが、図4及び図5の相関図である。

これら図4及び図5図中には、比較のために、従来のNi基超合金(MarM 247)、及びIr-15Nb、Ir-20Nbのイリジウム基超合金の強度も合わせて示した。

#### 【0032】

4元合金のいずれも、高温機器に適用されていたNi基超合金に比べ、高い圧縮強度を示した。一方、これら4元合金の圧縮強度は、Ir-Nbよりも低い。しかしながら、延性は、ニッケル基合金の混合により、最低でも18%、最高で89%が得られ、改善されている。Ir-15Nbよりも実用性が高いと認められる。

#### 【0033】

また、図4からは、4元合金の圧縮強度は、イリジウム基超合金の添加成分であるNb又はTaの添加量が多くなるにつれて増大することも確認される。

#### (実施例3)

Rh<sub>85-X</sub>Nb<sub>15</sub>Ni<sub>X</sub> (X=10, 20, 30, 50)の組成を有する4つの試料をアーク溶解により作製し、各々のインゴットから高さ6mm、直径3mmの供試片を切り出した。この供試片には、真空中(<10<sup>-5</sup>Pa)において1200℃、100時間の時効処理を行った。そして、圧縮試験(大気中、応力速度 3.0×10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>)を20~1200℃において行った。試験中に均一な温度分布が得られるように、各供試片を炉中で12~20分間試験温度まで加熱し、負荷開始前に5分間その温度に保持した。圧縮強度は、試験前後の供試材の高さの変化から算出した。

#### 【0034】

また、超合金の組織を走査電子顕微鏡(SEM)及び透過型電子顕微鏡(TEM)により観察した。走査電子顕微鏡観察を行った供試片については、5% HClのエチルアルコール溶液で電子研磨した。熱処理後の超合金の結晶構造及び相

組成は、X線回折分析（XRD）及びエネルギー分散型X線分析器（EDAX）で決定した。

#### 【0035】

$X \leq 30$  の  $Rh_{85-X}Nb_{15}Ni_X$  超合金は、fcc相と、Niを含む  $Rh_3Nb$  の  $L1_2$  相の二相のみからなる組織を有していた。特に、 $X=10$  の  $Rh_{75}Nb_{15}Ni_{10}$  超合金には、fcc構造を持つ母相中に  $L1_2$  構造を持つ析出物が整合析出した二相整合組織が形成されていた。一方、 $X=50$  の  $Rh_{35}Nb_{15}Ni_{50}$  超合金には、斜方晶系に属する  $\gamma''$  相（ $(Ni, Rh)_3Nb$ ）も確認された。 $Rh_3Nb$  に含まれるNiの含有量は、 $Rh_{75}Nb_{15}Ni_{10}$ （ $X=10$ ）の4.8at%から  $Rh_{35}Nb_{15}Ni_{50}$ （ $X=50$ ）の19.6at%までであった。また、いずれの超合金においても  $L1_2$  相は、体積率で20～80%の範囲内に収まっていた。

#### 【0036】

図6は、1200℃で100時間熱処理した超合金の顕微鏡写真である。

図6のa～dは、各々、 $Rh_{85-X}Nb_{15}Ni_X$ （ $X=10, 20, 30, 50$ ）の組成に対応しているが、いずれの超合金においても樹枝状組織が形成している。また、これらa～dの比較から、実施例1と同様に、Niの配合量が増加するにしたがって組織が粗くなっていることが確認される。

#### 【0037】

図7は、 $Rh_{85-X}Nb_{15}Ni_X$  超合金の圧縮強度及び延性をNiの含有量との関係において示した相関図である。この図7には、比較のために、Rh-15at%Nb合金のデータも合わせて示している。

室温では、Niを添加した超合金は、Rh-Nb二相合金に比べ高い圧縮強度を示す。1200℃では、 $Rh_{75}Nb_{15}Ni_{10}$ （ $X=10$ ）が473MPaと、Rh-Nb二相合金の圧縮強度を上回るが、Niの含有量の増加につれて低下する。だが、いずれの超合金の圧縮強度は、高温機器に適用されていたNi基超合金よりは高い。

#### 【0038】

室温延性についても、Niを添加した超合金は、 $Rh_{55}Nb_{15}Ni_{30}$ （ $X=30$ ）



0) の組成において R h - N b 二相合金に匹敵するものの、これ以外では低い値を示す。しかしながら、最低でも 1 1 % ( R h <sub>75</sub> N b <sub>15</sub> N i <sub>10</sub> ( X = 1 0 ) ) であり、実施例 1 に示した I n ベースの超合金以上の室温延性を有する。

(実施例 4)

実施例 2 において、イリジウムに代え、ロジウムを超合金の構成成分に採用した他は、同様に超合金を作製し、その相決定及び組織観察とともに、圧縮強度及び延性を測定した。イリジウムについての実施例 2 とほぼ同様に、高温機器に適用されていた N i 基超合金に比べ、高い圧縮強度を示すとともに、延性が改善されてもいる。

【0 0 3 9】

もちろんこの出願の発明は、以上の実施例によって限定されるものではない。超合金の組成、配合割合、作製方法等の細部については様々な態様が可能であることは言うまでもない。

【0 0 4 0】

【発明の効果】

以上詳しく説明した通り、この出願の発明によって、N i 基超合金を上回る特性を有し、これを比較的安価に実現することもできる、新しい高融点超合金が提供される。高温機器の出力及び熱効率のさらなる向上が実現可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

a、b、c、及び d は、各々、実施例 1 における供試材の組織を示した光学顕微鏡写真である。

【図 2】

実施例 1 における供試材の圧縮強度及び延性を I n - 1 5 N b とともに比較した棒グラフである。

【図 3】

a、b、及び c は、各々、実施例 2 における I n - N b - N i - A l 4 元合金の組織を示した二次電子像である。

【図 4】

イリジウム基超合金のモル分率と実施例 2 で作製した超合金の圧縮強度との相関関係を示した相関図である。

【図 5】

イリジウム基超合金におけるニオブ又はタンタルの添加量と実施例 2 で作製した超合金の圧縮強度との相関関係を示した相関図である。

【図 6】

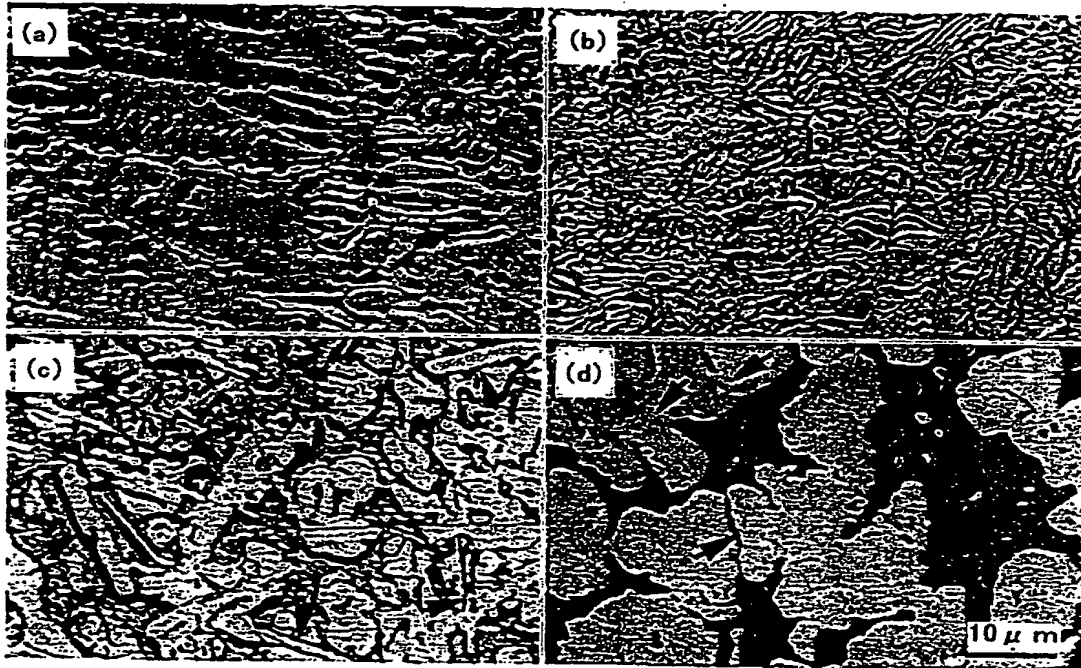
a、b、c、及び d は、各々、実施例 3 における供試材の組織を示した顕微鏡写真である。

【図 7】

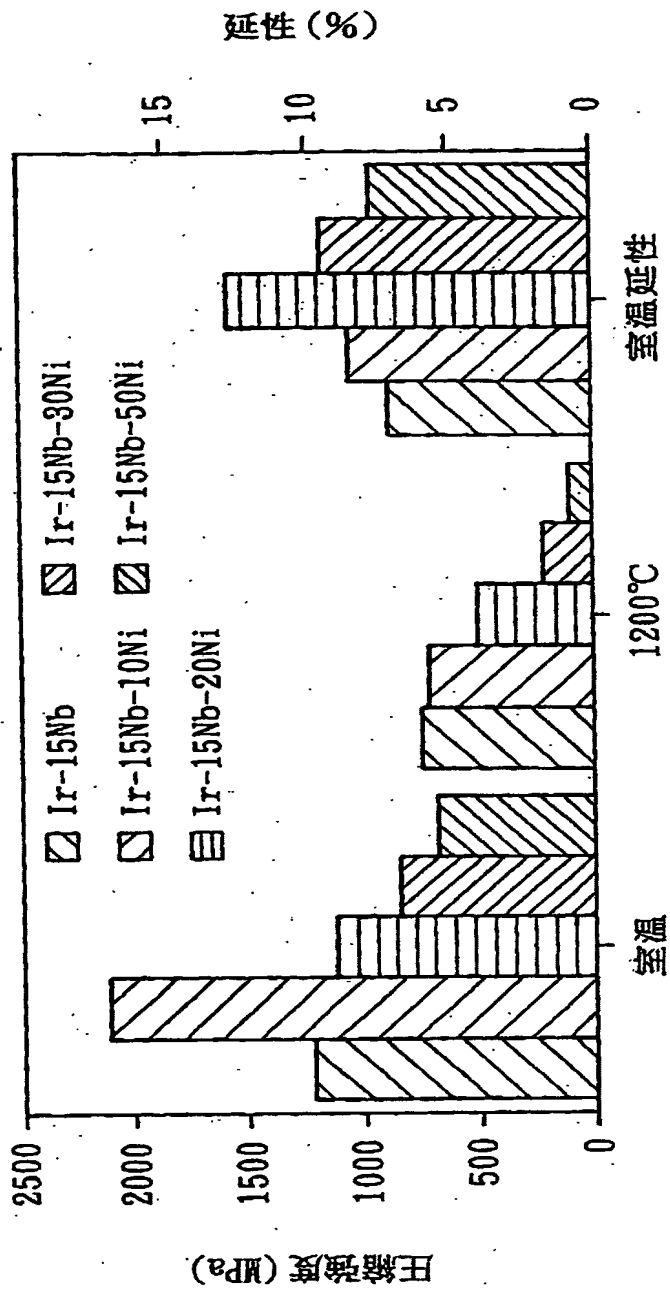
実施例 3 で作製した超合金におけるニッケルの含有量と圧縮強度及び延性との相関関係を示した相関図である。

【書類名】 図面

【図 1】



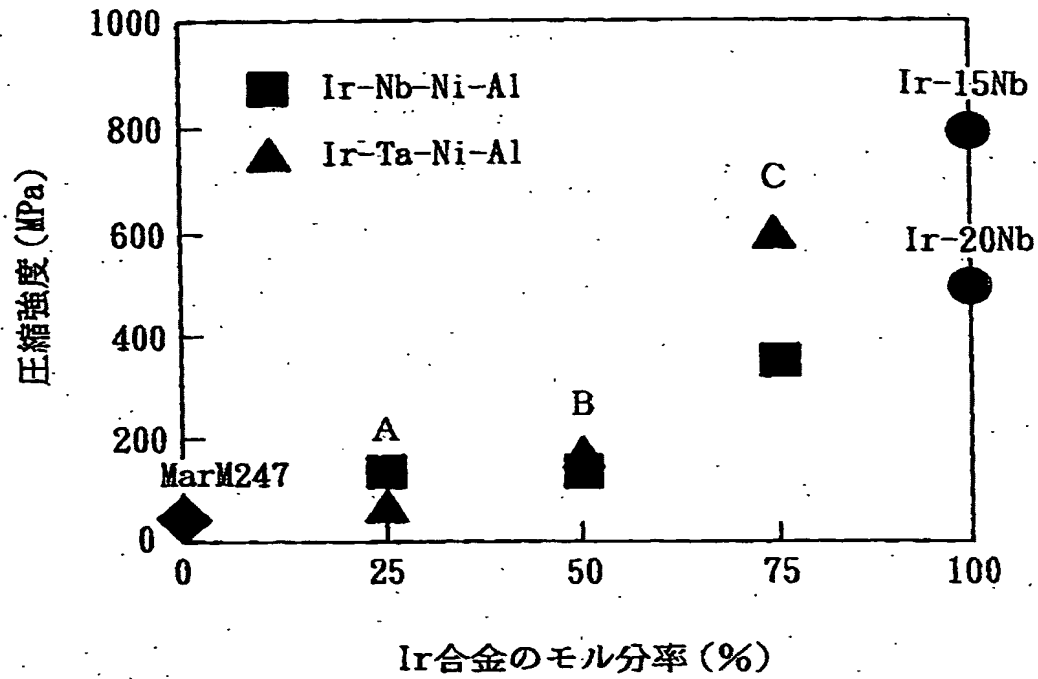
【図 2】



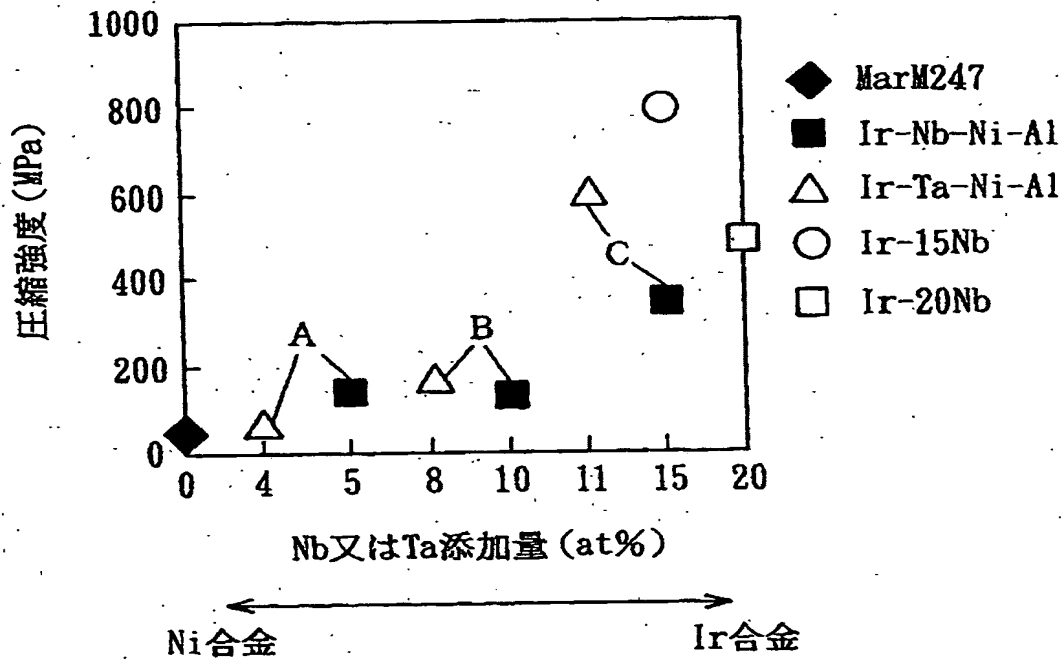
【図 3】



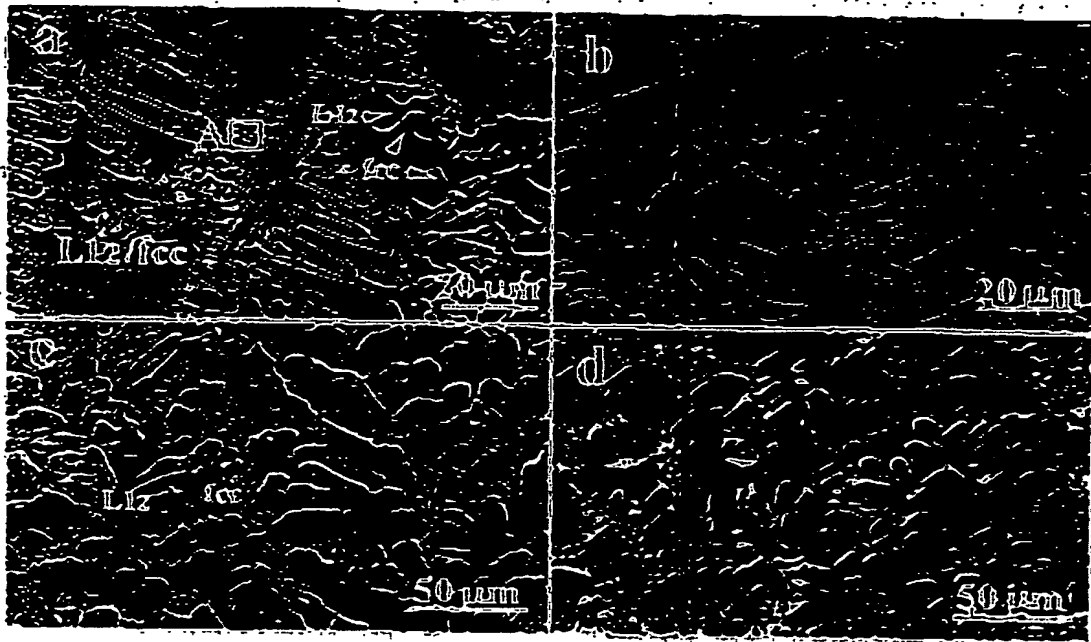
【図 4】



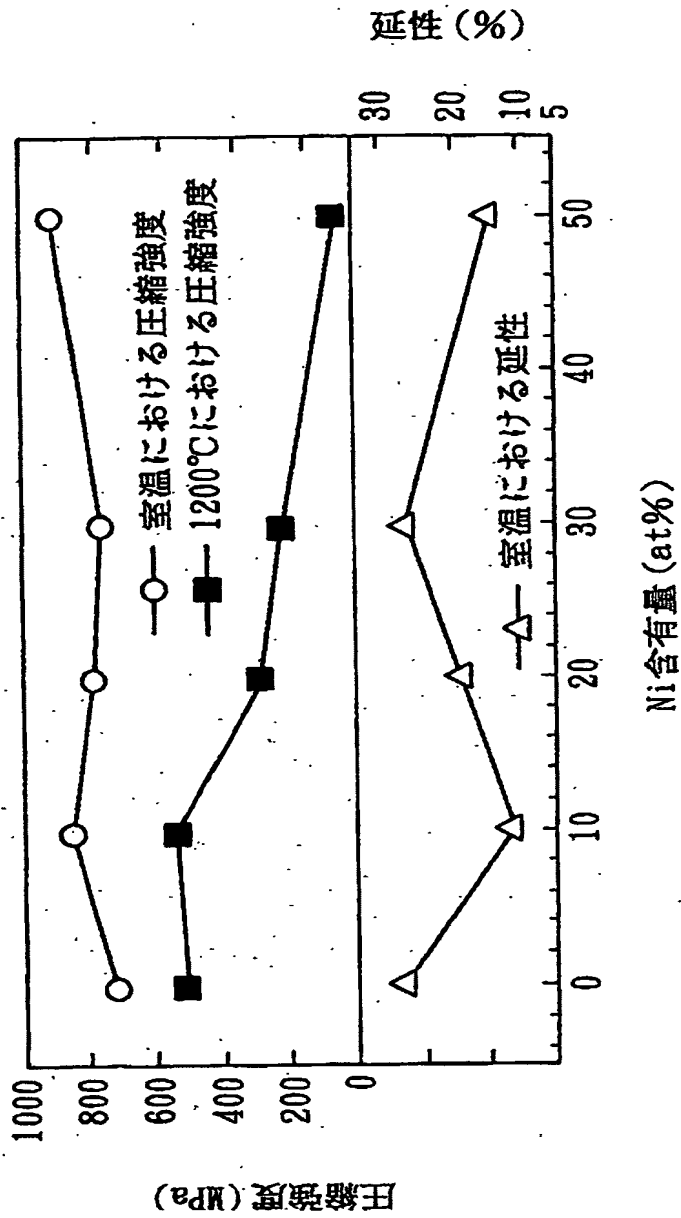
【図 5】



【図 6】



【図 7】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 Ni 基超合金を上回る特性を有し、これを比較的安価に実現することも可能な、新しい高融点超合金を提供する。

【解決手段】 イリジウム又はロジウムをベースに、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、及びタンタルからなる金属群から選択される 1 種以上の金属とともに、ニッケルを少なくとも含み、組織中に f c c 相及び L 1<sub>2</sub> 相の両相が少なくとも形成されている。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	平成11年 特許願 第025540号
受付番号	59900088206
書類名	特許願
担当官	小菅 博 2143
作成日	平成11年 5月17日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】	申請人
【識別番号】	390002901
【住所又は居所】	茨城県つくば市千現一丁目2番1号
【氏名又は名称】	科学技術庁金属材料技術研究所長

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [390002901]

1. 変更年月日 1995年 8月 4日

[変更理由] 住所変更

住 所 茨城県つくば市千現一丁目2番1号

氏 名 科学技術庁金属材料技術研究所長